

Lời nói đầu

TCVN 7871-2:2008 hoàn toàn tương đương với ISO 21415-2:2006;

TCVN 7871-2:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F1 Ngũ cốc và đậu đỗ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 7871:2008 (ISO 21415:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten*, bao gồm các phần sau đây:

- TCVN 7871-1:2008 (ISO 21415-1:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 1: Xác định gluten ướt bằng phương pháp thủ công*;
- TCVN 7871-2:2008 (ISO 21415-2:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 2: Xác định gluten ướt bằng phương pháp cơ học*;
- TCVN 7871-3:2008 (ISO 21415-3:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 3: Xác định gluten khô từ gluten ướt bằng phương pháp sấy*;
- TCVN 7871-4:2008 (ISO 21415-4:2006) *Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 4: Xác định gluten khô từ gluten ướt bằng phương pháp sấy nhanh*.

Lời giới thiệu

Các kỹ thuật thay thế quy định trong tiêu chuẩn này hoặc TCVN 7871-1:2008 (ISO 21415-1:2006) để tách gluten ướt (nghĩa là phương pháp rửa thủ công và rửa cơ học) thường không cho kết quả giống nhau. Để khôi phục hoàn toàn cấu trúc gluten cần phải để yên khối bột nhào. Khi lúa mì chứa hàm lượng gluten cao, kết quả thu được bằng phương pháp rửa thủ công thường cao hơn kết quả thu được bằng phương pháp rửa cơ học. Do đó, trong báo cáo thử nghiệm cần phải nêu rõ kỹ thuật rửa đã dùng.

Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten –

Phần 2: Xác định gluten ướt bằng phương pháp cơ học

Wheat and wheat flour – Gluten content –

Part 2: Determination of wet gluten by mechanical means

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng gluten ướt của bột mì (*Triticum aestivum* L. và *Triticum durum* Desf.) bằng phương pháp cơ học. Phương pháp này có thể áp dụng trực tiếp cho bột mì. Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho lõi hạt lúa mì dạng tấm và hạt lúa mì sau khi xay, nếu cỡ hạt đáp ứng được các yêu cầu nêu trong Bảng B.1.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

ISO 712, Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Routine reference method (Ngũ cốc và sản phẩm ngũ cốc – Xác định độ ẩm – Phương pháp chuẩn).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Gluten ướt (wet gluten)

Khối dẻo đàn hồi, được tạo thành chủ yếu từ hai phần protein (gliadin và glutenin) ở dạng hoàn nguyên thu được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này hoặc TCVN 7871-1 (ISO 21415-1).

3.2

Hạt lúa mì nghiền (ground wheat)

Sản phẩm thu được bằng cách nghiền hạt lúa mì nguyên hạt, đáp ứng được các yêu cầu về cỡ hạt như trong Bảng B.1.

3.3

Lõi hạt lúa mì dạng tấm (semolina)

Nội nhũ hạt lúa mì được nghiền thô.

3.4

Bột mì (flour)

Nội nhũ hạt lúa mì được nghiền mịn có cỡ hạt nhỏ hơn 250 μm .

4 Nguyên tắc

Chuẩn bị bột nhào từ mẫu bột mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm nghiền lại hoặc hạt lúa mì đã nghiền với dung dịch natri clorua, trong khoang chứa của thiết bị. Khối bột nhào với dung dịch natri clorua, sau đó dung dịch rửa được loại bỏ bằng máy ly tâm để tách gluten ướt. Cân phần cần thu được.

5 Thuốc thử

Thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác

5.1 Dung dịch natri clorua, 20 g/l

Hoà tan 200 g dung dịch natri clorua (NaCl) trong nước, sau đó pha loãng đến 10 l. Nhiệt độ của dung dịch sử dụng phải là $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Chuẩn bị dung dịch mới trong ngày sử dụng.

5.2 Dung dịch iốt trong kali iodua (dung dịch Lugol)

Hoà tan 2,54 g kali iodua (KI) trong nước. Thêm 1,27 g iốt (I_2) vào dung dịch này, sau khi hoà tan hoàn toàn, pha loãng bằng nước đến 100 ml.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường, cụ thể như sau:

6.1 Thiết bị tự động để tách gluten¹⁾, đơn hoặc kép, bao gồm khoang rửa, khoang nhào (xem Hình A.1 và A.2) và thiết bị phân phối để tách gluten có kiểm soát bằng thiết bị điện tử.

6.1.1 Khoang rửa, có các giá đỡ rây mạ crom có thể đổi lẫn và có rây làm bằng polyeste cỡ lỗ 88 µm hoặc kim loại cỡ lỗ 80 µm và các rây polyamit cỡ lỗ 840 µm hoặc kim loại cỡ lỗ 800 µm.

6.1.2 Khoang nhào, cách giá đỡ rây mạ crom $0,7 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$. Giá trị này cần phải được kiểm tra bằng cách sử dụng các đĩa kim loại được dập khuôn.

6.1.3 Dụng cụ chứa bằng chất dẻo, dung tích 10 l, có bình chứa dung dịch natri clorua (5.1) được gắn với thiết bị bằng ống chất dẻo.

6.1.4 Thiết bị phân phối, gồm có bơm nhu động để phân phối dung dịch natri clorua (5.1) để rửa gluten ở tốc độ dòng ổn định từ 50 ml/min đến 56 ml/min.

Chi tiết đối với thiết bị và các hướng dẫn vận hành, người sử dụng tiêu chuẩn này cần tham khảo hướng dẫn sử dụng thiết bị.

6.2 Bộ phân phối có thể điều chỉnh, dùng cho dung dịch natri clorua, có thể phân phối từ 3 ml đến 10 ml với độ chính xác $\pm 0,1 \text{ ml}$.

6.3 Máy ly tâm, có tần số quay là 6 000 vòng/min ± 5 vòng/min và tạo được gia tốc hướng tâm là 2 000 g, được gắn với các đĩa đục lỗ có đường kính lỗ là 500 µm.

6.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,01 g.

6.5 Dao trộn, bằng thép không gỉ.

6.6 Bình có mỏ, dung tích 500 ml (để thu nước rửa).

6.7 Kẹp kim loại.

6.8 Máy nghiền cỡ nhỏ, có thể nghiền sản phẩm đến độ mịn theo yêu cầu nêu trong Bảng B.1.

7 Lấy mẫu

Mẫu được gửi tới phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không được hư hỏng hoặc thay đổi trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

¹⁾ Thiết bị tách gluten tự động (loại 2100 và 2200) do Công ty Thiết bị Perten AB (Thụy Điển) sản xuất thường được sử dụng rộng rãi. Thông tin đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này còn ISO không ấn định phải sử dụng sản phẩm đó. Các loại thiết bị khác cũng có thể được sử dụng nếu cho kết quả tương tự từ thiết bị tách gluten tự động hoặc bằng phương pháp qui định trong TCVN 7871-1:2008 (ISO 21415-1:2006).

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo ISO 6644 hoặc TCVN 5451 (ISO 13690).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng hoá mẫu và xác định độ ẩm theo ISO 712. Trước khi xác định hàm lượng gluten, dùng máy nghiền cỡ nhỏ (6.8) để nghiền hạt lúa mì và lõi hạt dạng tấm theo quy định trong Phụ lục B. Cần đặc biệt chú ý trong suốt quá trình nghiền và bảo quản để không làm thay đổi độ ẩm của mẫu.

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Các thao tác chuẩn bị và rửa bột nhào được tiến hành liên tục bằng thiết bị tự động (6.1) và theo chỉ dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

9.2 Phần mẫu thử

Cân 10 g mẫu thử, chính xác đến 0,01 g và chuyển vào khoang rửa của thiết bị (6.1.1). Đảm bảo rằng khoang rửa được trang bị rây thích hợp đã được làm sạch và làm ẩm trước.

Sử dụng rây bằng sợi polyeste nhỏ (cỡ lỗ 88 μm) hoặc rây bằng kim loại (cỡ lỗ 80 μm) cho mẫu thử bột mì và mẫu lõi hạt lúa mì dạng tấm đã nghiền. Khi kiểm tra lúa mì đã nghiền, dùng rây bằng polyamit cỡ lỗ 840 μm hoặc rây kim loại có cỡ lỗ 800 μm với vòng kẹp rây mạ crom có bánh răng cưa. Cỡ lỗ rây được sử dụng phải được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

Lắc nhẹ nhàng để dàn phẳng bột.

9.3 Chuẩn bị bột nhào

Thêm 4,8 ml dung dịch natri clorua (5.1) vào mẫu thử sử dụng bộ phân phối có thể điều chỉnh được (6.2). Thổi trực tiếp dòng hơi của dung dịch muối vào thành của khoang mà không để đi qua rây. Lắc khoang rửa nhẹ nhàng sao cho dung dịch muối được dàn đều phía trên bột.

Cần điều chỉnh lượng dung dịch muối sử dụng tùy thuộc vào hàm lượng gluten cao hay thấp hoặc mẫu ít gluten. Khi gặp khó khăn trong việc trộn khối bột nhào (khoang chứa phải ngập nước trong suốt quá trình rửa), thì lượng dung dịch muối được thêm vào phải giảm đi (tối thiểu là 4,2 ml). Khi trộn quá mạnh, thì gluten tạo thành sẽ chắc lại, khi đó có thể tăng lượng dung dịch muối đến 5,2 ml.

Thời gian cài đặt trước của nhà sản xuất là 20 s, nhưng có thể điều chỉnh, nếu cần. Khi điều chỉnh, xem hướng dẫn của nhà sản xuất.

9.4 Rửa bột nhào

9.4.1 Yêu cầu chung

Trong quá trình rửa, quan sát độ trong của dòng chảy từ khoang rửa. Khối bột nhào được coi là đã rửa đủ khi dòng nước rửa đã trong. Kiểm tra bằng dung dịch Lugol (5.2) để xem lại nước rửa đã hết hẳn tinh bột chưa.

9.4.2 Đối với bột hay lõi hạt lúa mì dạng tấm nghiền lại

Thời gian rửa do nhà sản xuất cài đặt là 5 min. Trong quá trình rửa, thường cần đến khoảng từ 250 ml đến 280 ml dung dịch NaCl. Dung dịch này sẽ được phân phối tự động bởi dụng cụ đã được đặt ở tốc độ ổn định từ 50 ml/min đến 56 ml/min (tùy thuộc vào dụng cụ).

9.4.3 Đối với hạt lúa mì nghiền

Sau khi rửa 2 min, ngừng thiết bị, tháo khoang rửa cùng với gluten đã rửa và chuyển hết sang một khoang rửa khác có rây thô (840 μm). Điều này có thể thực hiện được bằng cách đặt khoang rửa dưới dòng nước lạnh chảy nhẹ (mặt để hở với mặt để hở và rây mịn hướng lên trên).

Đặt khoang rửa có rây thô, chứa gluten hình cầu được chuyển sang với trạng thái hoạt động và tiếp tục rửa trong khi việc khoang rửa còn lại đã kết thúc.

9.4.4 Trường hợp đặt biệt

Nếu quá trình rửa tự động không đạt được yêu cầu rửa của bột nhào thì tiến hành một trong các thao tác sau:

- trong quá trình rửa bổ sung bằng tay thêm lượng dung dịch NaCl vào khoang rửa, hoặc
- chỉnh thiết bị để lặp lại quá trình rửa.

9.5 Loại phần nước thừa và cân gluten ướt

Khi quá trình rửa đã kết thúc dùng kẹp kim loại (6.7) lấy gluten ướt khỏi khoang rửa. Bảo đảm không rằng không còn gluten sót lại trong khoang rửa.

Chia gluten thành hai phần xấp xỉ bằng nhau và đặt các viên gluten này vào đĩa có đục lỗ trong máy ly tâm (6.3), ấn nhẹ xuống.

Bật máy ly tâm để loại dung dịch thừa khỏi gluten (thời gian là 60 s). Dùng kẹp kim loại (6.7) lấy các miếng gluten và cân ngay khối lượng tổng số (m_1), chính xác đến 0,01 g.

CHÚ THÍCH Không cần chia gluten nếu trong máy ly tâm có sử dụng đối trọng.

Nếu sử dụng dụng cụ kẹp sẽ tạo thành hai miếng gluten. Các miếng này cần được xử lý riêng rẽ trong các giai đoạn tiếp theo.

9.6 Số lần xác định

Tiến hành hai lần xác định trên cùng mẫu thử.

10 Tính toán và biểu thị kết quả

Hàm lượng gluten ướt (G_{wet}) biểu thị bằng phần trăm khối lượng của phần mẫu thử, được tính bằng công thức sau đây:

$$G_{wet} = m_1 \times 10 \%$$

trong đó

m_1 là khối lượng của gluten ướt (xem 9.5), tính bằng gam;

Kết quả thu được là trung bình cộng của hai lần xác định trong trường hợp lặp lại (xem 11.2).

Ghi kết quả đến một chữ số sau dấu phẩy.

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp này được nêu trong Phụ lục C. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm, do cùng một người tiến hành, sử dụng cùng một thiết bị trong thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn các giá trị sau đây:

- đối với hạt lúa mì: $r = 1,9 \text{ g}/100\text{g}$;
- đối với bột mì $r = 1,0 \text{ g}/100\text{g}$;
- đối với lúa mì cứng $r = 1,6 \text{ g}/100\text{g}$;
- đối với lõi hạt lúa mì cứng dạng tấm $r = 1,6 \text{ g}/100\text{g}$.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn các giá trị sau đây:

- đối với hạt lúa mì: $R = 4,0 \text{ g}/100 \text{ g}$;
- đối với bột mì: $R = 2,4 \text{ g}/100 \text{ g}$;
- đối với hạt lúa mì cứng: $R = 5,8 \text{ g}/100 \text{ g}$;
- đối với lõi hạt lúa mì cứng dạng tấm: $R = 10,1 \text{ g}/100 \text{ g}$.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này, bao gồm các chi tiết của quá trình nghiền và mắt lưới của rây được sử dụng trong quá trình tách gluten;
- d) mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn, cùng với các chi tiết của sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) các kết quả thử thu được;
- f) nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

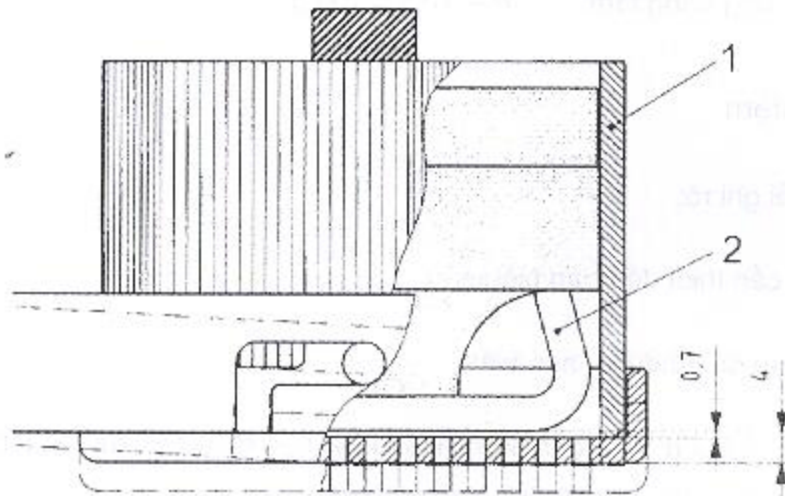
Phụ lục A

(quy định)

Khoang rửa và khoang nhào của thiết bị tách gluten tự động và máy ly tâm

Thiết bị được nêu trong Hình A.1 đến Hình A.2 trong [6].

Kích thước tính bằng milimet

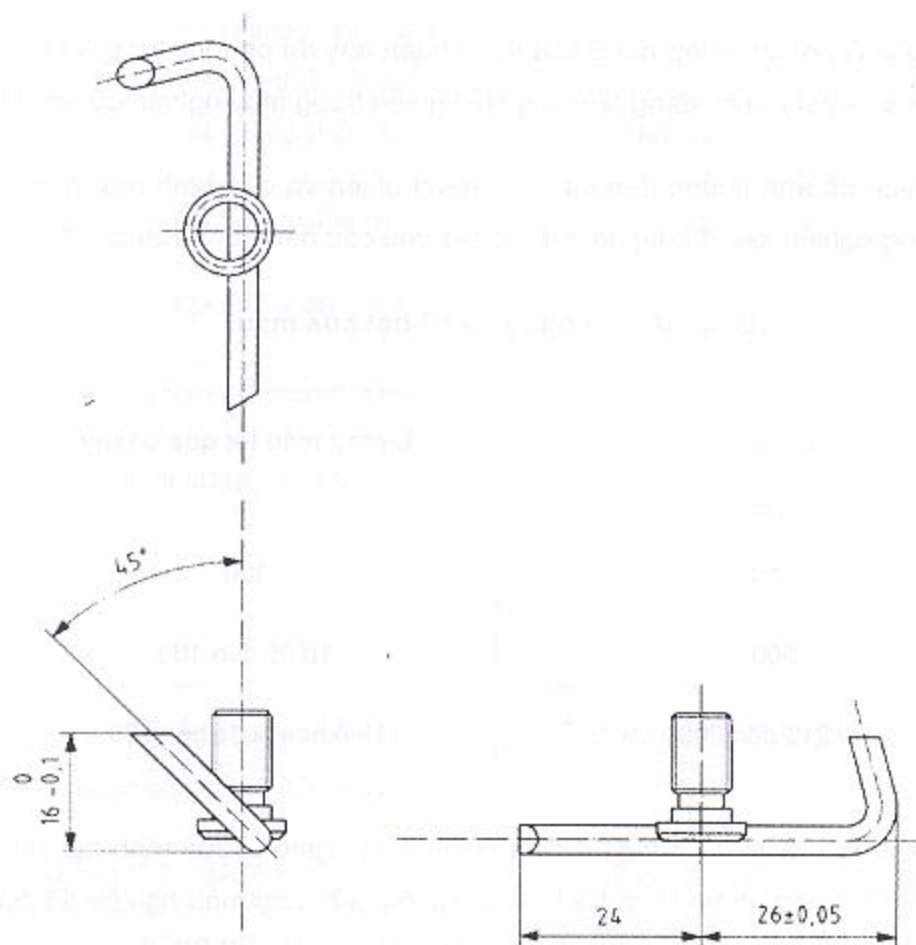


Chú giải

- 1 Khoang trộn/rửa.
- 2 Khoang nhào.

Hình A.1 – Thiết bị tách gluten

Kích thước tính bằng milimet



Hình A.2 – Khoang nhào

Phụ lục B

(quy định)

Chuẩn bị bột nghiền

Như đã đề cập trong phần phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn này thì phương pháp cũng có thể áp dụng được cho hạt lúa mì và lõi hạt lúa mì dạng tấm sau khi nghiền trong máy nghiền cỡ nhỏ (6.8).

Cỡ hạt của mẫu nghiền có ảnh hưởng đến sự hình thành gluten và quá trình rửa. Máy nghiền được sử dụng phải có khả năng nghiền sao để đáp ứng được các yêu cầu nêu trong Bảng B.1.

Bảng B.1 – Lỗ rây và cỡ hạt của mẫu

Lỗ rây μm	Lượng mẫu lọt qua cỡ rây %
710	100
500	Từ 95 đến 100
Từ 210 đến 200	Nhỏ hơn hoặc bằng 80

Số liệu nêu trong Bảng B.1 được sử dụng để điều chỉnh máy nghiền. Quá trình nghiền phụ thuộc vào loại phép xác định. Cỡ hạt phải được kiểm tra thường xuyên, sử dụng mẫu nghiền đã được trộn đều và rây thử nghiệm thích hợp.

Phương pháp nghiền để chuẩn bị mẫu nghiền từ hạt lúa mì hoặc lõi hạt dạng tấm ảnh hưởng đến kết quả xác định gluten. Các loại máy nghiền khác nhau, tạo ra các phần mẫu nghiền khác nhau với các thành phần khác nhau, điều này dẫn đến sự hình thành gluten trong khối bột nhào và rửa gluten cũng khác nhau. Để thu được các kết quả tương đương cần sử dụng cùng một phương pháp chuẩn bị mẫu. Quá trình nghiền cùng với phần trăm gluten thu được phải được ghi lại.

Mẫu đại diện của hạt lúa mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm phải được nghiền đến kích cỡ hạt đáp ứng được các yêu cầu nêu trong Bảng B.1. Cho hạt lúa mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm vào máy nghiền phải cẩn thận để tránh quá nhiệt và quá tải. Thời gian nghiền phải được tiếp tục trong khoảng từ 30 s đến 40 s sau khi mẫu cuối cùng đã được đưa vào máy nghiền. Các lượng nhỏ (đến 1 %) hạt lúa mì hoặc lõi hạt lúa mì dạng tấm cần được lấy ra để nghiền.

Phụ lục C

(tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm bao gồm ở 21 phòng thử nghiệm của 7 quốc gia, do Công ty CONCORDIA Warehouse, Phòng thử nghiệm kiểm tra hạt ngũ cốc, Budapest (Hungari) (Grain Control Laboratory) tổ chức năm 2004. Phép thử này được thực hiện trên sáu mẫu sau đây:

- Mẫu A: hạt lúa mì (*Triticum aestivum* L.);
- Mẫu B: hạt lúa mì (*Triticum aestivum* L.);
- Mẫu C: hạt lúa mì (*Triticum durum* Desf.);
- Mẫu D: lõi hạt lúa mì cứng dạng tấm;
- Mẫu E: bột mì;
- Mẫu F: bột mì.

Các kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) để cho các số liệu về độ chụm nêu trong Bảng C.1.

Bảng C.1 – Dữ liệu về độ chụm đối với gluten ướt được xác định bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này

	Mẫu					
	A	B	C	D	E	F
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	19	19	17	18	18	18
Giá trị trung bình, g/100g	26,06	34,61	30,46	36,89	27,32	35,17
Độ lệch chuẩn lặp lại s_r , g/100 g	0,66	0,62	0,57	0,57	0,30	0,35
Hệ số biến thiên lặp lại, %	2,53	1,79	1,86	1,57	1,09	0,99
Giới hạn lặp lại r ($= 2,8 s_r$), g/100 g	1,85	1,74	1,59	1,59	0,83	0,97
Độ lệch chuẩn tái lập s_R , g/100 g	1,43	1,45	2,06	3,61	0,75	0,85
Hệ số biến thiên tái lập, %	5,49	4,18	6,75	9,79	2,73	2,42
Giới hạn tái lập R ($= 2,8 s_R$), g/100 g	4,00	4,05	5,76	10,12	2,09	2,38

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.
- [2] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn
- [3] ISO 6644, *Flowing cereals and milled cereal products – Automatic sampling by mechanical means.*
- [4] TCVN 5451:2008 (ISO 13690:1999), Ngũ cốc, đậu đỗ và sản phẩm nghiền – lấy mẫu từ khối hàng tĩnh.
- [5] TCVN 7871-1:2008 (ISO 21415-1:2006), Hạt lúa mì và bột mì – Hàm lượng gluten – Phần 1: Xác định hàm lượng gluten ướt bằng phương pháp thông thường.
- [6] ICC Standard No.137/1, *Mechanical determination of the Wet Gluten of Wheat Flour (Glutomatic).*
- [7] ICC Standard No.155:1994, *Determination of Wet Gluten Quantity and Quality (Gluten Index ac. to Perten) of Whole Wheat Meal and Wheat Flour (Triticum aestivum).*